

# ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation  
de l'accréditation, de la sécurité et qualité  
des produits et services

## ILNAS-EN ISO 18363-1:2021

### **Tierische und pflanzliche Fette und Öle - Bestimmung von fettsäuregebundenen Chlorpropandiolen (MCPD) und Glycidol mittels GC/MS -**

Animal and vegetable fats and oils -  
Determination of fatty-acid-bound  
chloropropanediols (MCPDs) and glycidol  
by GC/MS - Part 1: Method using fast

Corps gras d'origines animale et végétale  
- Détermination des esters de  
chloropropanediols (MCPD) et d'acides  
gras et des esters de glycidol et d'acides

## Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 18363-1:2021 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 18363-1:2021 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

### **DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT**

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

Deutsche Fassung

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle - Bestimmung von  
fettsäuregebundenen Chlorpropandiol (MCPD) und Glycidol  
mittels GC/MS - Teil 1: Verfahren mittels schneller alkalischer  
Umesterung und Messung für 3 MCPD und Differenzmessung  
für Glycidol (ISO 18363-1:2015)**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS - Part 1: Method using fast alkaline transesterification and measurement for 3-MCPD and differential measurement for glycidol (ISO 18363-1:2015)

Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination des esters de chloropropanediols (MCPD) et d'acides gras et des esters de glycidol et d'acides gras par CPG/SM - Partie 1: Méthode par transestérification alcaline rapide et mesure pour le 3-MCPD et par mesure différentielle pour le glycidol (ISO 18363-1:2015)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 5. Dezember 2021 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

**CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel**

# Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort .....	3
Vorwort .....	4
Einleitung .....	5
1 Anwendungsbereich .....	7
2 Normative Verweisungen .....	7
3 Begriffe .....	7
4 Kurzbeschreibung .....	8
5 Reagenzien .....	9
5.1 Allgemeines .....	9
5.2 Standard- und Referenzverbindungen .....	9
5.3 Lösemittel .....	9
5.4 Andere Reagenzien .....	9
6 Geräte .....	10
7 Probe .....	10
7.1 Probenahme .....	10
7.2 Vorbereitung der Untersuchungsprobe .....	10
8 Verfahren .....	11
8.1 Dotieren mit Surrogatstandard und Homogenisierung .....	11
8.2 Esterspaltung und Glycidolumwandlung .....	11
8.3 Matrixentfernung .....	11
8.4 Derivatisierung .....	11
8.5 Gaschromatographie/Massenspektrometrie-Referenzen .....	12
9 Angabe der Ergebnisse .....	12
10 Präzision .....	13
10.1 Ringversuch .....	13
10.2 Wiederholpräzision .....	13
10.3 Vergleichpräzision .....	14
11 Prüfbericht .....	14
Anhang A (informativ) Ergebnisse eines Ringversuchs .....	15
Literaturhinweise .....	17

## Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 18363-1:2015 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 18363-1:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 307 „Ölsaaten, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18363-1:2015 wurde von CEN als EN ISO 18363-1:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food Products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*.

ISO 18363 besteht aus den folgenden Teilen unter dem allgemeinen Titel *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung von fettsäuregebundenem Chlorpropandiol (MCPD) und Glycidol mittels GC/MS*

— *Teil 1: Verfahren mittels schneller alkalischer Umesterung und Messung für 3-MCPD und Differenzmessung für Glycidol*

Die folgenden Teile sind in Vorbereitung:

— *Teil 2: Verfahren mittels langsamer alkalischer Umesterung und Messung für 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol*

— *Teil 3: Verfahren mittels Säureumesterung und Messung für 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol*

## Einleitung

ISO 18363 ist eine Internationale Normenreihe, die zur Bestimmung von estergebundenem MCPD und Glycidol angewendet werden kann. Es gibt derzeit drei Internationale Normen, die vorgeschlagen wurden, und diese Einleitung ist eine Beschreibung dieser Verfahren, die der Analytiker anwenden kann, um zu entscheiden, welches Verfahren für seine Anwendung geeignet ist. Die genaue Anwendung jedes Verfahrens ist im Anwendungsbereich des einzelnen Verfahrens enthalten.

Dieser Teil von ISO 18363 ist ein Differenzverfahren, das mit der DGF-Methode C-VI 18 (10) vergleichbar und mit der AOCS Official Method Cd 29c-13 identisch ist. In Kürze dargestellt, basiert das Verfahren auf der schnellen alkalisch katalysierten Freisetzung von 3-MCPD und Glycidol aus den Esterderivaten. Glycidol wird anschließend in induziertes 3-MCPD umgewandelt. Das Verfahren besteht aus zwei Teilen. Der erste Teil (A) ermöglicht die Bestimmung der Summe des estergebundenen 3-MCPD und estergebundenen Glycidols, während der zweite Teil (B) nur estergebundenes 3-MCPD bestimmt. Beide Assays basieren auf der Freisetzung der Ziel-Analyten 3-MCPD und Glycidol aus der estergebundenen Form durch alkalisch katalysierte Alkoholyse bei Raumtemperatur. In Teil A wird eine angesäuerte Natriumchloridlösung verwendet, um die Reaktion zu stoppen und anschließend das Glycidol in induziertes 3-MCPD umzuwandeln. 3-MCPD und Glycidol werden daher in Teil A ununterscheidbar. In Teil B wird die Beendigung der Reaktion durch die Hinzugabe einer angesäuerten chloridfreien Salzlösung erreicht; dies verhindert auch die Umwandlung von Glycidol in induziertes MCPD. Teil B ermöglicht somit die Bestimmung des tatsächlichen 3-MCPD-Gehalts. Schließlich ist der Glycidolgehalt der Probe proportional zur Differenz zwischen beiden Assays (A – B) und kann berechnet werden, sobald das Umwandlungsverhältnis von Glycidol zu 3-MCPD bestimmt worden ist. Dieser Teil von ISO 18363 ist anwendbar für die schnelle Bestimmung von estergebundenem 3-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten. Dieser Teil von ISO 18363 kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten, hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrices eine Validierungsstudie erfolgen. Alle freien Analyten in der Probe wären in den Ergebnissen enthalten, aber diese Norm erlaubt keine Unterscheidung zwischen freien und gebundenen Analyten. Zum Zeitpunkt ihrer Veröffentlichung haben jedoch keine Forschungen irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in raffinierten Pflanzenölen und -fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht. Grundsätzlich kann dieser Teil von ISO 18363 auch so modifiziert werden, dass die Bestimmung von 2-MCPD möglich wird, jedoch erfordert auch dies wieder eine Validierungsstudie vor der Analyse dieses Analyten.

Der zweite Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen für die Bestimmung von estergebundenem MCPD und Glycidol repräsentiert die AOCS Official Method Cd 29b-13. In Kürze dargestellt, basiert dieses Verfahren auf der langsamen alkalischen Freisetzung von MCPD und Glycidol aus den Esterderivaten. Glycidol wird anschließend in 3-MCPD umgewandelt. Der zweite Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen besteht aus zwei Probenvorbereitungen, die sich in der Anwendung interner Standards unterscheiden. Beide Teile können für die Bestimmung von estergebundenem 2-MCPD und 3-MCPD verwendet werden. In Teil A wird ein vorläufiges Ergebnis für estergebundenes Glycidol bestimmt. Da das in der Probe vorhandene 3-MCPD zu einem geringen Grad durch die Probenvorbereitung in induziertes Glycidol umgewandelt wird, dient Teil B dazu, die Menge des induzierten Glycidols zu bestimmen, die anschließend von dem vorläufigen Glycidolergebnis aus Teil A abgezogen wird. Durch die Verwendung von isotope markierten freien MCPD-Isomeren in Assay A und isotope markiertem estergebundenem 2-MCPD und 3-MCPD in Teil B kann die Effizienz der Esterspaltung überwacht werden. Sowohl Assay A als auch Assay B basieren auf der Freisetzung der Zielanalyten 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol aus der estergebundenen Form durch eine langsame alkalisch katalysierte Alkoholyse in der Kälte. In beiden Probenvorbereitungen wird die Reaktion durch die Hinzugabe einer angesäuerten konzentrierten Natriumbromidlösung gestoppt, um das instabile und flüchtige Glycidol in 3-MCPD umzuwandeln, das mit 3-MCPD vergleichbare Eigenschaften hinsichtlich seiner Stabilität und des chromatographischen Verhaltens aufweist. Darüber hinaus verhindert der erhebliche Überschuss an Bromidionen die unerwünschte Bildung von 3-MCPD aus Glycidol im Fall von Proben, die natürlich auftretende Chloridmengen enthalten. Der zweite Teil der vorgeschlagenen Normen ist anwendbar für die Bestimmung von estergebundenem 3-MCPD, 2-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten. Der zweite Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten, hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrices

eine Validierungsstudie erfolgen. Alle freien Analyten in der Probe wären in den Ergebnissen enthalten, aber diese Norm erlaubt keine Unterscheidung zwischen freien und gebundenen Analyten. Zum Zeitpunkt ihrer Veröffentlichung haben jedoch keine Forschungen irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in Pflanzenölen und -fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht.

Der dritte Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen für die Bestimmung von estergebundenem MCPD und Glycidol repräsentiert die AOCS Official Method Cd 29a-13. In Kürze dargestellt, basiert dieses Verfahren auf der Umwandlung von Glycidylestern in 3-MBPD-Ester und einer langsamen säurekatalysierten Freisetzung von MCPD und MBPD aus den Esterderivaten. Der dritte Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen basiert auf einer einzigen Probenvorbereitung, bei der Glycidylester in MBPD-Monoester umgewandelt und anschließend die freien Analyten 2-MCPD, 3-MCPD und 3-MBPD durch eine langsame säurekatalysierte Alkoholyse freigesetzt werden. Das 3-MBPD repräsentiert den tatsächlichen Gehalt an gebundenem Glycidol. Der dritte Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen kann für die Bestimmung von estergebundenem 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten angewendet werden. Der dritte Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten, hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrices eine Validierungsstudie erfolgen. Das Verfahren eignet sich für die Analyse von gebundenen (veresterten) Analyten, aber bei Bedarf kann der dritte Teil der vorgeschlagenen Internationalen Normen auch ohne die ursprüngliche Umwandlung von Glycidylestern angewendet werden. Bei einer derartigen Anordnung wären sowohl freie als auch gebundene 2-MCPD- und 3-MCPD-Formen in den Ergebnissen enthalten, und die Menge an freien Analyten kann als Differenz zwischen den beiden in zwei Konfigurationen vorgenommenen Bestimmungen berechnet werden. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments haben jedoch keine Forschungen irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in pflanzlichen Ölen und Fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht.